

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-070276

(43)Date of publication of application : 23.03.1993

(51)Int.Cl. C30B 11/00
C30B 15/14
C30B 27/02
C30B 29/40
C30B 29/48
H01L 21/208
H01L 21/368

(21)Application number : 03-231920

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 11.09.1991

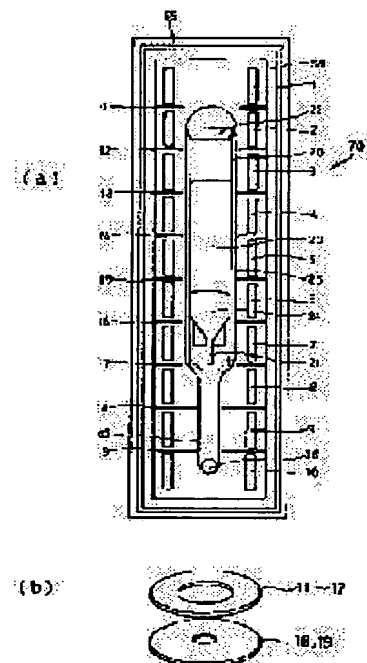
(72)Inventor : KAWASE TOMOHIRO

(54) DEVICE FOR PRODUCING SINGLE CRYSTALS

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a device for producing single crystals of a good quality with low dislocation density by increasing the accuracy of temp. control for each heater in a device for controlling temp. distribution in a growth furnace using plural heaters to grow single crystals.

CONSTITUTION: In a device 70 having plural adjacent heaters 1-10 to produce single crystals by the VGF method, shield plates 11-19 in the shape of a hollow disc for the partitioning the heaters from each other are further provided.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.02.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2979770

[Date of registration] 17.09.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right] 29.06.2001

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-70276

(43)公開日 平成5年(1993)3月23日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 3 0 B	11/00	Z 9151-4G		
	15/14	9151-4G		
	27/02	9151-4G		
	29/40	5 0 1 A 7821-4G		
	29/48	7821-4G		

審査請求 未請求 請求項の数 4(全 6 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平3-231920

(22)出願日 平成3年(1991)9月11日

(71)出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72)発明者 川瀬 智博

大阪市此花区島屋一丁目1番3号 住友電
気工業株式会社大阪製作所内

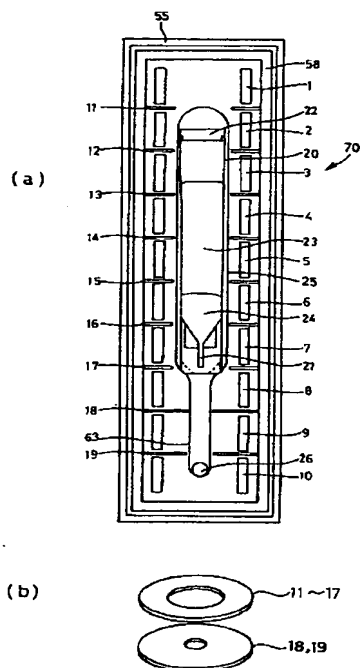
(74)代理人 弁理士 深見 久郎 (外4名)

(54)【発明の名称】 単結晶の製造装置

(57)【要約】

【目的】 複数のヒータを用いて単結晶の成長を行なう成長炉内の温度分布を制御する装置において、個々のヒータについて温度制御の精度を上げることにより、転位密度の低い良質の単結晶を製造することができる装置を提供する。

【構成】 隣接した複数のヒータ1~10を有し、VGF法に従って単結晶を製造する装置70において、各ヒータを仕切中空円板形状の遮蔽板11~19をさらに設けたことを特徴とする装置。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 隣接した複数のヒータを有する単結晶の製造装置において、各ヒータを仕切る遮蔽部材をさらに設けたことを特徴とする単結晶の製造装置。

【請求項2】 前記遮蔽部材が、カーボン、石英、パイロリティックボロンナイトライド、ボロンナイトライド、 SiC 、 Si_3N_4 、および AlN の少なくともいずれかで形成される、請求項1の単結晶の製造装置。

【請求項3】 前記単結晶が、 III-V 属化合物半導体単結晶および II-VI 属化合物半導体単結晶のいずれかである、請求項1の単結晶の製造装置。

【請求項4】 前記単結晶が、チョクラスキー法、液体カプセル引上げ法、水平ブリッジマン法、垂直ブリッジマン法、水平温度勾配付固化法、および垂直温度勾配付固化法のいずれかに従って製造される、請求項1の単結晶の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、成長炉内の温度分布を制御して単結晶を制御するための装置に関し、特に、 GaAs 、 GaP 、 GaSb 、 InAs 、 InP および InSb などの III-V 属化合物半導体単結晶ならびに、 CdTe 、 $\text{Hg}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Te}$ および ZnSe などの II-VI 属化合物半導体単結晶を製造するための装置に関する。

【0002】

【従来の技術】水平ブリッジマン法（HB法）、垂直ブリッジマン法（VB法）、水平温度勾配付固化法（HGF法）および垂直温度勾配付固化法（VGF法）では、成長炉内の温度分布を厳密に制御する必要があることから、複数のヒータを隣接して配置する多段ヒータ構造が取られている。図4に、VGF法を行なう従来装置の一例を示す。VGF装置80において、チャンバ55内に、断熱筒58が設けられ、断熱筒58内には隣接する10個のヒータ1～10に囲まれて、石英管25が設けられる。石英管25内には、先端部が細くなったるつぼ20が載置される。るつぼ20の先端部には種結晶21が取付けられ、種結晶21から単結晶24が成長するよう、その上方に融液23が収容される。また、るつぼ20の上部開口は蓋22で覆われ、融液23の表面が輻射によって冷えるのを防いでいる。石英管25の下部にはリザーバ63が設けられ、高解離圧成分26が収容される。石英管25は密封されており、リザーバ63部分の温度を制御することによって、石英管25内の高解離圧成分の蒸気圧が調節される。以上のように構成される装置において、ヒータ1～10の出力を調整することにより、徐々に種結晶側から温度を降下させて単結晶を成長させていく。

【0003】一方、液体カプセル引上げ法（LEC法）の場合、ヒータは2～3段が一般的であるが、将来はさら

に多段化が進むものと考えられる。特に引上げ法による化合物半導体単結晶の成長では、成長する単結晶の転位密度を低く抑えるために成長軸方向の温度勾配を小さくする必要があり、多段ヒータを用いて各ヒータの出力を制御し、目的の温度勾配を精度よく作り出さねばならない。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】以上示してきた結晶成長法において良質の単結晶を成長させるためには、成長炉内の温度分布を精密に制御する必要がある。しかしながら、従来の単結晶製造装置では、近接する複数のヒータからの熱対流および輻射のため、個々のヒータによる温度制御の精度に限界があった。

【0005】この発明の目的は、単結晶製造装置において、ヒータによる温度制御の精度を向上させることにより、転位密度の低い良質な結晶を再現性よく製造することができる装置を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】この発明に従う単結晶の製造装置は、隣接した複数のヒータを有する装置において、各ヒータを仕切る遮蔽部材をさらに設けたことを特徴とする。

【0007】この発明に従う遮蔽部材は、カーボン、石英、パイロリティックボロンナイトライド（PBN）、ボロンナイトライド（BN）、 SiC 、 Si_3N_4 、および AlN などの材料で形成することができるほか、カーボンに石英、PBN、BN、 SiC 、 Si_3N_4 、および AlN の少なくともいずれかを被覆した材料より形成することができる。

【0008】この発明に従う装置は、特に GaAs 、 GaP 、 GaSb 、 InAs 、 InP および InSb などの III-V 属化合物半導体単結晶および、 CdTe 、 $\text{Hg}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Te}$ および ZnSe などの II-VI 属化合物半導体単結晶を製造する装置とすることができる。

【0009】また、この発明に従う装置は、チョクラスキー法、LEC法、HB法、VB法、HGF法、およびVGF法に従って単結晶を製造する装置とすることができる。

【0010】

【作用】この発明によれば、複数のヒータを有する単結晶の製造装置において、各ヒータは遮蔽部材によって仕切られるので、近接するヒータからの熱対流および輻射は、遮蔽部材によって阻止される。このため個々のヒータによる温度制御について精度の向上を図ることができる。温度制御の精度を向上させれば、結晶成長における固液界面の制御をより厳密に行なうことができ、双晶、リネージおよびフリーズアウト等の発生を抑制して転位密度の低い単結晶を製造できるようになる。

【0011】

【実施例】1. VGF法への適用例

図1(a)に、この発明をVGF法の装置に適用した具体例を示す。VGF装置70において、チャンバ55内には断熱筒58が設けられ、断熱筒58内には石英管25が設けられる。石英管25の周囲には、隣接する10個のヒータ1~10が配置されている。また、各ヒータの間には、カーボンにPBNをコーティングした遮蔽板11~19が断熱筒58に取付けるようにしてそれぞれ設けられる。遮蔽板11~19は、図1(b)に示すように中に穴が開いた円板形状である。石英管25内には、先端部が細くなったるつぼ20が載置される。るつぼ20の先端部には種結晶21が取付けられ、種結晶21から単結晶24が成長するようその上方に原料融液23が収容される。また、るつぼ20の上部開口は蓋22で覆われ、原料融液23の表面が輻射によって冷えるのを防いでいる。石英管25の下部には、リザーバ63が設けられ、高解離圧成分26が収容される。石英管25は密封されており、リザーバ63部分の温度を制御することによって、石英管25内の高解離圧成分の蒸気圧が調節される。なお、石英管25の代りに、PBN、パイロリティックグラファイト(PG)、PBNコーティングカーボン、PGコーティングカーボンおよびモリブデンなどの材料で形成された気密容器を用いてもよい。

【0012】以上のように構成される装置を用いて、VGF法により3インチφのノンドープGaAs単結晶を成長させた。成長に当たって、るつぼ20は上部内径が85mm、下部内径が80mmのPBN製のるつぼを使用した。るつぼ下部を円錐形に形成し、その下端に種結晶を取付けた。ついでるつぼにGaAs多結晶原料7kgを収容した。原料を収容したるつぼは、リザーバ63に固体As50gが収容された石英管25内に載置した。石英管25を真空封入して、チャンバ55の所定の位置に載置した。チャンバ55内を真空引きした後、ヒータ1~10の出力を調整しながら原料を融解した。成長界面での温度勾配を2~3℃/cmに維持しながら、徐々に温度を降下させ、長さ約250mmの単結晶を成長させた。この発明の装置では、結晶および融液内の温度分布制御の精度が顕著に改善された。特に転位密度を低くするため重要な成長界面での温度勾配制御の精度は、従来±1℃程度であったが、この発明の装置では±0.1℃以内であった。その結果、フロントからバックまで転位密度 $2 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$ 以下の転位密度の低い結晶が安定して得られるようになった。成長界面の制御が向上した結果、双晶、リネージなどの欠陥が顕著に減少した。

【0013】2. LEC法への適用例

図2(a)に、この発明をLEC法に適用した具体例を示す。LEC装置75において、高圧チャンバ27内には、回転可能な下軸29に支持されてサセプタ35が設けられる。サセプタ35内には、るつぼ36が設けられる。また、サセプタ35の周囲には、隣接する3個のヒ

ータ30、31および32が配置される。各ヒータは、断熱筒60に取付けられたPBNコーティングカーボン製の遮蔽板33および34でそれぞれ仕切られている。遮蔽板33、34は、図2(b)に示すように、中空円板形である。るつぼ36内には、原料融液37が収容されるとともに、融液上に液体封止剤38が設けられる。一方、高圧チャンバ27内において、るつぼ36の中心上方には回転昇降可能な上軸28が設けられる。以上のように構成される装置において、単結晶の成長は、窒素およびアルゴンなどの不活性ガスの加圧雰囲気下で行なわれ、上軸28の下端に取付けられた種結晶39から単結晶40が引き上げられる。

【0014】図2(a)に示された装置を用い、LEC法に従って3インチφノンドープGaAs単結晶の成長を行なった。るつぼ36には、8インチφのPBN製のるつぼを使用した。GaAs多結晶原料約9kgおよびB、O、約1kgをるつぼ36内に投入した。ヒータ30~32の加熱によって、原料を融解した後、目的の温度勾配になるようヒータ出力の調整を行なった。ついで、Arガス20atmの雰囲気下で、るつぼ回転速度30rpm、種結晶回転速度2rpm、引上げ速度10mm/hの条件で成長を行なった。その結果、直径約82mm、長さ約35cmの単結晶が得られた。

【0015】従来の遮蔽板を用いない装置で成長した結晶では、直径の変動が±2~3mmと大きく、結晶のフロントからバックにかけて転位密度も $2 \sim 4 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ の範囲でばらついていた。これに対して、この発明の装置では温度分布の安定した制御が可能となった結果、結晶の直径変動を±1mm以内に制御できた。また、フロントからバックまで転位密度を $2 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ 以下とすることができた。さらには、双晶、リネージおよびフリーズアウトの発生が顕著に減少した。

【0016】3. 高解離圧成分ガス雰囲気下での引上げ法への適用例

図3に、この発明を高解離圧成分ガス雰囲気下でのチョクラスキー法に適用した例を示す。図に示す装置において、高圧チャンバ27内には、断熱筒61が設けられ、その中に単結晶を引上げるための気密容器41が設けられる。気密容器41には、容器内の分圧を制御するためのリザーバ56が形成されている。リザーバ56の周囲にはヒータ57が設けられるとともに、気密容器41の周囲には、上から下に5個のヒータ46、47、48、49および50が設けられる。ヒータ57と46の間には、中空円板形でPBNコーティングカーボン製の遮蔽板59が設けられる一方、ヒータ46~50の間にも中空円板形でPBNコーティングカーボン製の遮蔽板51、52、53および54がそれぞれ設けられる。

【0017】気密容器41内には、回転昇降可能な下軸29に支持されたサセプタ35が設けられる。サセプタ35内にはるつぼ36が設けられ、るつぼ36内には原

料融液37および液体封止剤38が収容される。るつぼ36の中心上方には、回転昇降可能な上軸28が設けられ、その下段には種結晶39が取付けられている。上軸28および下軸29が気密容器41を貫通する部分には、封止剤溜42および43がそれぞれ設けられ、液体封止剤44および45がそれぞれ収容されることで気密が保持されている。以上のように構成される装置において、気密容器41内には、 N_2 およびArなどの不活性ガスとともに高解離圧成分元素の蒸気が充満され、その雰囲気下で、上軸28により原料融液から単結晶40が

【0018】図3に示した装置を用い、3インチφのノンドープGaAs単結晶の成長を行なった。気密容器41はPNBをコーティングしたカーボンで作成した。るつぼ36には、6インチφのPNBるつぼを使用した。GaAs多結晶原料約6kgおよび B_2O_3 、約500gをるつぼ36に投入した。一方リザーバ56には、固体のAsを投入した。ヒータ46および50の加熱によって封止剤溜42および43の液体封止剤44および45をそれぞれ融解し、気密容器41を密閉した後、気密容器41内にAsガスを充満させた。ヒータ47~49の加熱によって原料を融解した後、目的の温度勾配となるよう各ヒータ出力の調整を行なった。Asガス分圧1atm、Arガス分圧4atmの雰囲気下で、るつぼの回転速度10rpm、結晶の回転速度2rpm、引上げ速度6mm/hで成長を行ない、直径約82mm、長さ約27cmの単結晶が得られた。

【0019】遮蔽板を用いない従来の装置で成長した結晶では、直径の変動が±3~4mmと大きく、結晶のフロントからバックにかけて、転位密度も $2 \sim 5 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$ の範囲でばらついていた。これに対して本発明の装置では、温度分布の安定した制御が可能となった結

果、結晶の直径変動を±1mm以内に制御でき、フロントからバックまで転位密度を $1 \sim 2 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$ に制御できた。さらには、双晶、リネージおよびフリーズアウト等の発生が顕著に減少された。

【0020】なお、上記実施例では、VGF法および引上げ法について具体例を示したが、HB法、VB法およびHGF法においても、ヒータを仕切る遮蔽部材を用いることによって同様の効果が得られる。

【0021】

10 【発明の効果】以上説明したように、この発明によれば、個々のヒータについて温度制御の精度を上げることによって、結晶成長の制御がより改善される。この発明により、結晶成長における双晶、リネージおよびフリーズアウト等の発生を抑制することができる。また、成長する結晶全体にわたって、転位密度を低く抑えることができる。特にこの発明は、チョクラルスキー法、LEC法、HB法、VB法、HGF法およびVGF法による単結晶の製造において、結晶の品質向上と生産性向上に寄与する。

20 【図面の簡単な説明】

【図1】この発明をVGF法の装置に適用した一具体例を示す模式図。

【図2】この発明をLEC法の装置に適用した一具体例を示す模式図。

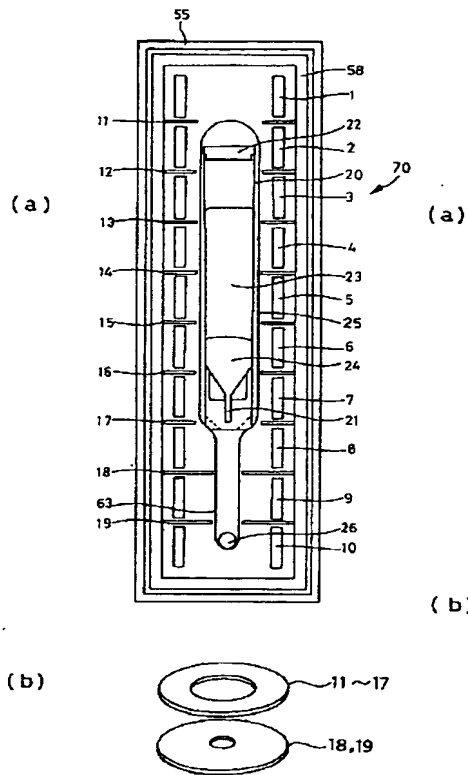
【図3】この発明を高解離圧成分ガス雰囲気下でチョクラルスキー法により単結晶を製造する装置に適用した一具体例を示す模式図。

【図4】従来の単結晶製造装置の一具体例を示す模式図。

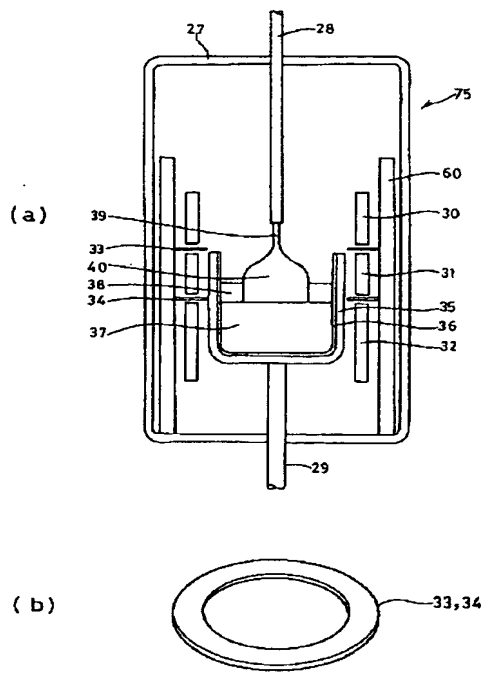
30 【符号の説明】

1~10、30~32、46~50、57 ヒータ
11~19、33、34、51~54、59 遮蔽板

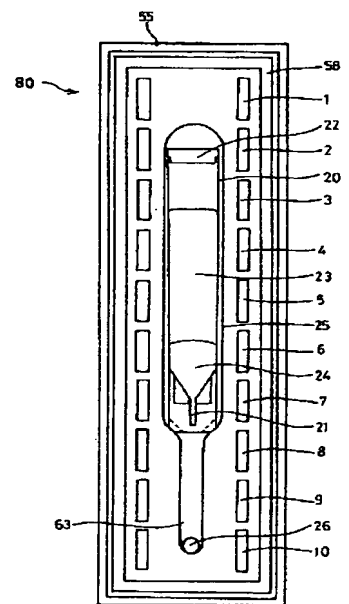
【図1】



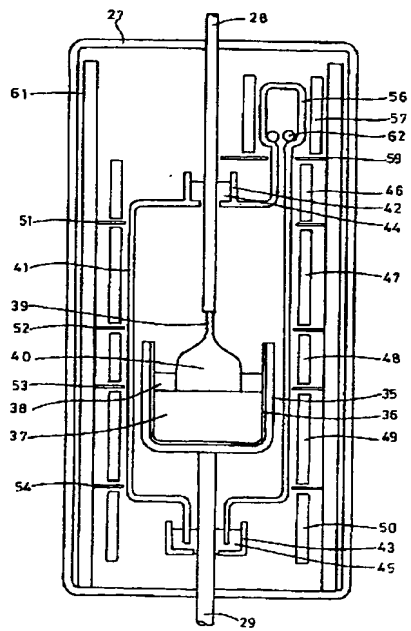
【図2】



【図4】



【図3】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. ³	識別記号	片内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L	21/208	P	7353-4M	
	21/368	Z	7353-4M	